

Zhexenbek Toktarbay – PhD, Associate Professor, Researcher at the Engineering Profile Laboratory, Satbayev University; e-mail: zhexenbek.toktarbay@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Seitkhan Azat – PhD, professor, Head of the Laboratory of Engineering Profile, Satbayev University; e-mail: s.azat@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Авторлар туралы мәліметтер

Инабат Омирузаккызы Сапаргали* – магистрант, Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Сәтбаев Университеті; e-mail: sapargali.i@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-0258-8277>.

Ақерке Алмасқызы Қаныкешова – магистрант, Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Сәтбаев Университеті; e-mail: a.aslmasovna@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-6517-6933>.

Махаббат Сейт-Задаевна Кунарбекова – PhD, Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Сәтбаев Университеті; e-mail: m.kunarbekova@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>.

Жексенбек Тоқтарбай – PhD, қауым.профессор, Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Сәтбаев Университеті; e-mail: zhexenbek.toktarbay@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Сейтхан Азат – PhD, профессор, Инженерлік-бейінді зертханасының жетекшісі, Сәтбаев Университеті; e-mail: s.azat@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Сведения об авторах

Инабат Омирузаккызы Сапаргали* – магистрант, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля, Сатбаев Университет; e-mail: sapargali.i@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-0258-8277>.

Акерке Алмасқызы Каныкешова – магистрант, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля, Сатбаев Университет; e-mail: a.aslmasovna@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-6517-6933>.

Махаббат Сейт-Задаевна Кунарбекова – PhD, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля, Сатбаев Университет; e-mail: m.kunarbekova@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>.

Жексенбек Тоқтарбай – PhD, ассоц.профессор, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля, Сатбаев Университет; e-mail: zhexenbek.toktarbay@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Сейтхан Азат – PhD, профессор, Руководитель лаборатории инженерного профиля, Сатбаев Университет; e-mail: s.azat@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Поступила в редакцию 30.03.2026

Поступила после доработки 25.05.2026

Принята к публикации 28.05.2026

[https://doi.org/10.53360/2788-7995-2026-2\(22\)-77](https://doi.org/10.53360/2788-7995-2026-2(22)-77)

MPHTI: 31.15.01



Д.Р. Мулдаш*, А.Р. Кажмуратов, К.Б. Шакенов, Д.О. Мурзалинов, С. Азат

Satbayev University,

050013, Республика Казахстан, г. Алматы, ул. Сатпаева 22

*e-mail: muldashevdiyas@gmail.com

МАГНИЕТЕРМИЧЕСКОЕ ВОССТАНОВЛЕНИЕ КРЕМНЕЗЁМА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЧИСТОГО КРЕМНИЯ

Аннотация: В данной научно-исследовательской работе подробно изучен процесс магнито-термического восстановления (МТВ) аморфного диоксида кремния, извлеченного из рисовой шелухи Кызылординской области, с целью синтеза нанопористого кремния высокой чистоты. Диоксид кремния был экстрагирован методом щелочного выщелачивания с последующим осаждением, что позволило получить прекурсор с развитой удельной поверхностью. В ходе

©Д.Р. Мулдаш, А.Р. Кажмуратов, К.Б. Шакенов, Д.О. Мурзалинов, С. Азат, 2026

экспериментального исследования при температурах 650-700 °C в инертной атмосфере аргона были проанализированы термодинамические закономерности процесса. Особое внимание уделено роли хлорида натрия (NaCl) в качестве теплопоглощающего агента, предотвращающего спекание структуры за счет контроля экзотермического эффекта реакции. Для эффективного удаления побочных фаз, таких как оксид магния (MgO) и остаточный SiO₂, применялась многоступенчатая гидрометаллургическая очистка в системе HCl–H₂O–EtOH. Фазовый состав и морфологические особенности полученных образцов были детально охарактеризованы методами рентгенофазового анализа (РФА) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Результаты подтвердили формирование поликристаллического кремния с уникальной иерархической пористой морфологией, полностью унаследованной от структуры биогенного прекурсора. Предложенная методика демонстрирует высокую эффективность и экологическую значимость использования возобновляемого агропромышленного сырья для получения высокотехнологичных наноматериалов.

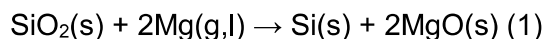
Ключевые слова: магниетермическое восстановление, диоксид кремния, рисовая шелуха, нанопористый кремний, теплопоглотитель, NaCl, выщелачивание.

1 ВВЕДЕНИЕ

Республика Казахстан активно интегрируется в глобальные цепочки создания стоимости высокотехнологичных материалов, что обуславливает повышенный интерес к методам получения кремния высокой чистоты для энергетики нового поколения [1, 2]. Традиционные методы производства кремния, основанные на карботермическом восстановлении кварцита, характеризуются экстремально высокими температурами (свыше 2000 °C) и значительным экологическим следом в виде выбросов CO₂ [3, 4].

В последние десятилетия интенсивно развиваются альтернативные подходы к синтезу кремния из возобновляемого сырья. Особый интерес представляет использование рисовой шелухи – аграрного отхода с высоким содержанием аморфного SiO₂ (до 20 мас.%), что делает её привлекательным и доступным прекурсором [8, 10]. В этом контексте магниетермическое восстановление (Magnesiothermic Reduction, MgTR) выступает как энергоэффективная и экологически менее затратная альтернатива, позволяющая осуществлять синтез при температурах 600-900 °C с сохранением морфологических особенностей исходного SiO₂ [5, 12].

Успешная реализация МТВ требует фундаментального понимания термодинамических закономерностей. Основная реакция восстановления описывается уравнением:



Данный процесс характеризуется отрицательным изменением энергии Гиббса (ΔG) во всём интервале температур от 298 К до 1300 К, что свидетельствует о его высокой термодинамической вероятности [7, 12]. Однако высокая экзотермичность реакции (ΔH ≈ –293.4 кДж/моль) создаёт серьёзные технологические вызовы [8, 12]: выделяемое тепло способно локально повышать температуру реакционной смеси выше заданной температуры печи, что приводит к спеканию наночастиц Si, потере пористости и даже к его плавлению (T_{пл} = 1414 °C) [11].

Для минимизации неконтролируемого тепловыделения в систему вводят инертные теплопоглотители (heat scavengers), в частности хлорид натрия (NaCl). NaCl обладает температурой плавления 801 °C и высокой удельной теплотой плавления (28.8 кДж/моль), что позволяет эффективно стабилизировать температуру в зоне реакции на уровне около 800 °C [11, 12].

Таким образом, целью данной работы является разработка и оптимизация процесса магниетермического восстановления аморфного SiO₂, полученного из рисовой шелухи Казахстана, для синтеза нанопористого кремния высокой чистоты, пригодного для применения в энергетических устройствах нового поколения.

2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

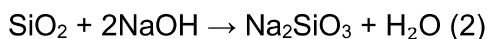
Материалы исследования: Для восстановления наноразмерных частиц кремния были использованы высокочистый магний (95%) и диоксид кремния, полученный из рисовой шелухи, а также NaCl. Рисовая шелуха была заготовлена в Кызылординской области Казахстана. Выбор SiO₂ из рисовой шелухи обоснован высоким содержанием SiO₂ (11.5 мас.%) и превосходящей аналогии пористостью – удельная поверхность в среднем составляет

627 м²/г [8]. Основные компоненты рисовой шелухи: сырое волокно, целлюлоза, лигнин, пентозаны, белки, SiO₂, а также макро- и микроэлементы (фосфор, магний, калий, кальций, сера, цинк, молибден, кобальт и бор).

Для гидрометаллургической очистки использовалась соляная кислота (HCl, 37%), этанол (EtOH, 96%) и дистиллированная вода. В случае наличия остаточного невосстановленного SiO₂ применяли 5% раствор плавиковой кислоты (HF).

2.2 Получение диоксида кремния из рисовой шелухи

Для экстракции SiO₂ из рисовой шелухи применяли метод щелочного выщелачивания. Было использовано 45 г предварительно промытой и высушенной рисовой шелухи. Готовили 0.25 М раствор NaOH объёмом 0.75 л (7.50 г NaOH). Смесь нагревали до 90 °С при постоянном перемешивании (250 об/мин) в течение 2 ч. В ходе процесса аморфный SiO₂ растворяется с образованием силиката натрия по реакции:



По завершении реакции смесь охлаждали до комнатной температуры и фильтровали через фильтровальную бумагу (0.45 мкм) для отделения нерастворимого остатка. Полученный раствор силиката натрия подкисляли до pH ~7.6, при котором анионы силикатов протонируются и образуют кремниевую кислоту, коагулирующую в виде коллоидного геля [9]. Гель промывали несколько раз и центрифугировали (3000 об/мин, 5 мин) для удаления ионов Na⁺/Cl⁻ и органических примесей [10].

2.3 Термическое восстановление

Процесс проводится в герметичном стальном реакторе или в трубчатой печи в атмосфере аргона. Температурный интервал: 650-700 °С. Температура 650 °С является минимально необходимой, так как она соответствует температуре плавления магния, обеспечивающей достаточное давление паров для протекания реакции.[4] Исследования показывают, что при 700 °С реакция завершается в течение первых 2 часов, однако для обеспечения полноты превращения в крупных масштабах время может быть увеличено [17, 18].

Исходные порошки SiO₂ и Mg (с избытком магния ~10% для компенсации потерь на испарение) подвергали механическому смешению. NaCl вводился в виде водного раствора с последующим выпариванием, что обеспечивало заполнение пор SiO₂ солью и более эффективный отвод тепла [11].

Восстановление проводили в горизонтальной трубчатой печи в атмосфере аргона. Нагрев осуществляли со скоростью 5°С/мин до целевой температуры 680°С, выдержка – 2 ч, охлаждение в печи – ~3 ч до комнатной температуры. Применение медленного нагрева снижает вероятность внезапной экзотермии и обеспечивает равномерную передачу тепла через NaCl к частицам SiO₂/Mg [12]. Температура 650 °С является минимально необходимой, поскольку соответствует температуре плавления Mg и обеспечивает достаточное давление его паров для протекания реакции [4].

2.4 Гидрометаллургическая очистка

Продукт спекания («спёк») содержит Si, MgO, NaCl, а также возможные примеси Mg₂Si и непрореагировавшего SiO₂ [5]. Для их удаления применяли многостадийную очистку:

Стадия 1. Промывка дистиллированной водой при 40 °С (~1 ч) для удаления NaCl и растворимых хлоридов (MgCl₂).

Стадия 2. Выщелачивание в системе HCl– H₂O –EtOH (объёмное соотношение: HCl – 5.6%, H₂O – 8.3%, EtOH – 50.5%) при 60-80°С в течение 2-4 ч. Добавление этанола выполняет несколько функций: (а) предотвращает полимеризацию H₄SiO₄ и гелеобразование; (б) улучшает смачиваемость гидрофобных нанопорошков Si; (в) демпфирует бурную реакцию Mg₂Si с HCl, сопровождающуюся выделением SiH₄

Стадия 3 (при необходимости). Если на рентгенограммах после HCl-очистки сохраняется аморфное гало в области 2θ ≈ 20-25°, применяют 5% HF в течение 10-30 мин для селективного растворения остаточного SiO₂.

После выщелачивания материал уплотняли центрифугированием (3000 об/мин, 5 мин) и сушили при 80°С перед анализом (табл. 1).

Таблица 1 – Термодинамические параметры ключевых реакций системы SiO₂–Mg при различных температурах [12]

Реакция	ΔG°_{298} (ккал/моль)	ΔG°_{923} (ккал/моль)	ΔG°_{1368} (ккал/моль)	Вероятный продукт
$\text{SiO}_2 + 2\text{Mg} \rightarrow \text{Si} + 2\text{MgO}$	-67.36	-62.45	-56.67	Кремний
$\text{SiO}_2 + 4\text{Mg} \rightarrow 2\text{MgO} + \text{Mg}_2\text{Si}$	-85.72	-79.24	-70.30	Силицид магния
$\text{SiO}_2 + \text{MgO} \rightarrow \text{MgSiO}_3$	-8.35	-8.65	-11.48	Метасиликат
$\text{SiO}_2 + \text{MgO} \rightarrow \text{Mg}_2\text{SiO}_4$	-3.70	-13.69	-13.12	Ортосиликат

3 РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Рентгенофазовый анализ восстановленного кремния

По результатам рентгенофазового анализа образцов, спечённых при 700 °С, получена дифрактограмма с хорошо выраженными пиками, указывающими на образование кристаллических фаз, характерных для продуктов магниетермического восстановления диоксида кремния (рис. 1). Основной интенсивный рефлекс зафиксирован при $2\theta \approx 28.55^\circ$, что соответствует отражению от плоскости (111) элементарного кремния. Дополнительные пики в областях 47.39° и 56.33° подтверждают наличие кристаллического Si с рефлексами от плоскостей (220) и (311) соответственно. Эти данные свидетельствуют об успешном восстановлении SiO₂ с образованием Si в поликристаллической форме. На дифрактограмме также присутствуют интенсивные пики в областях 42.95° и 62.38° , соответствующие кристаллической фазе MgO – основному побочному продукту реакции (1). MgO не вступает в дальнейшие реакции при данных условиях и удаляется на стадии кислотного выщелачивания.

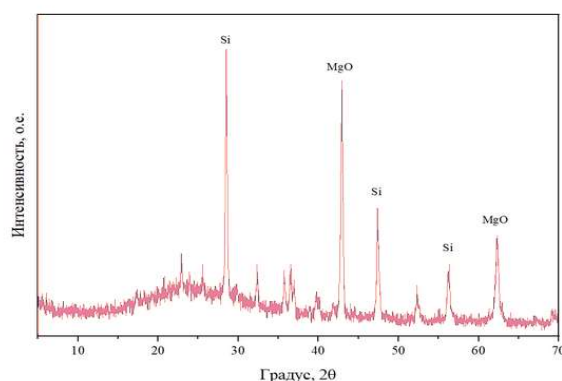


Рисунок 1 – Дифрактограмма Si после восстановления SiO₂ магнием

3.2 Морфологический анализ восстановленного кремния

Исследование полученного порошка методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) выявило сложную многоуровневую морфологию продуктов восстановления. На обзорных микрофотографиях (рис. 2, 3) отчетливо наблюдается значительная полидисперсность образца. Размер частиц варьируется в широком диапазоне: от крупных агрегатов, достигающих 5-100 мкм в поперечнике, до мелкодисперсной фракции микронного и субмикронного размеров.

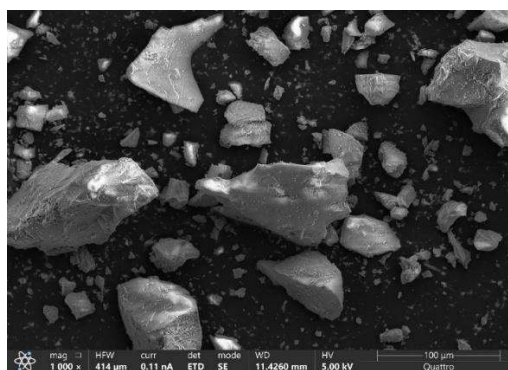


Рисунок 2 – СЭМ-микрофотография порошка восстановленного кремния при различном увеличении: обзорный снимок, демонстрирующий полидисперсность и агрегацию (масштабный отрезок 100 мкм)

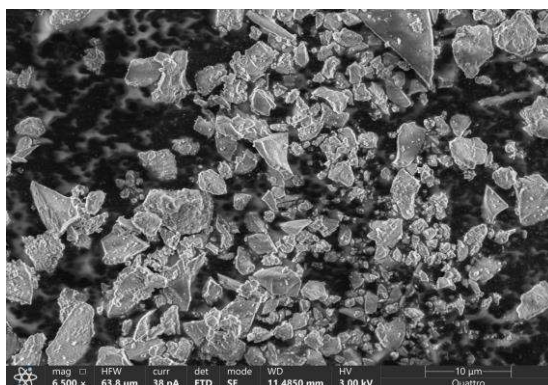


Рисунок 3 – Осколочная морфология частиц микронного размера
(масштабный отрезок 10 мкм)

Анализ формы частиц показывает преобладание осколочной (фрагментированной) морфологии с острыми краями и неровными поверхностями сколов. Отсутствие сферических или оплавленных частиц свидетельствует о том, что процесс восстановления протекал в твердой фазе без достижения температур плавления кремния, а полученный продукт наследует структурные особенности исходного прекурсора диоксида кремния (псевдоморфное превращение). Мелкие частицы склонны к гетероагрегации, налипая на поверхность более крупных конгломератов, что обусловлено высокой поверхностной энергией восстановленного материала. Более детальное изучение поверхности отдельных крупных частиц при высоком увеличении (рис. 2) позволяет охарактеризовать их текстуру как «рыхлую» или чешуйчатую. Такая развитая поверхность, вероятно, формируется в процессе удаления побочных продуктов реакции восстановления (например, оксида магния в случае магниетермии) методами кислотного выщелачивания, оставляя после себя развитую систему пор и шероховатостей.

Стоит отметить, что на микрофотографиях, полученных при различных ускоряющих напряжениях (HV от 3 до 20 kV), наблюдается характерный эффект электрической зарядки поверхности (выражающийся в повышенной яркости краев и выступов, особенно заметный на рис. 4). Это может косвенно указывать на неоднородность электрофизических свойств образца, в частности, на наличие диэлектрических фаз – остаточного недовосстановленного оксида кремния (SiO_2 или SiOx) или силикатов, локализованных на поверхности частиц кремния. Это требует дальнейшего подтверждения методами энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС).

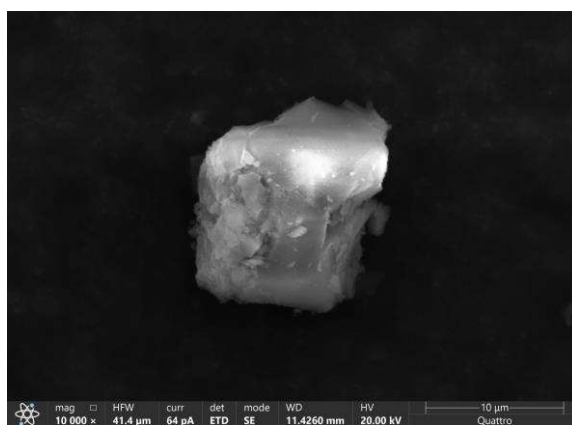


Рисунок 4 – Чешуйчатая текстура поверхности отдельной частицы
(масштабный отрезок 10 мкм)

3.3 Энергодисперсионный рентгеновский спектр

Для оценки химической чистоты и элементного состава синтезированного материала после проведения магниетермического восстановления и последующего кислотного травления был использован метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС).

Измерения проводились при низком ускоряющем напряжении электронной пушки 5 кВ, что позволило минимизировать глубину генерации рентгеновского излучения и с высокой точностью зафиксировать состав приповерхностных слоев исследуемых частиц.

Анализ полученного ЭДС-спектра (рис. 5) свидетельствует о высокой степени конверсии исходного диоксида кремния. На спектрограмме четко идентифицируются пики характеристического излучения кремния и остаточного магния. Интенсивные низкоэнергетические пики в области до 0.5 кэВ соответствуют легким элементам (углеродной подложке и адсорбированному кислороду), качественная оценка которых в данном режиме обладает высокой погрешностью и традиционно исключается из прецизионного матричного расчета металлической фазы. Согласно результатам количественного ZAF-пересчета (табл. 2) массовая доля кремния в очищенном продукте составляет 81.3 мас. %, 79.0 ат. %, в то время как содержание остаточного магния не превышает 18.7 мас. % 21.0 ат. %. Низкие значения статистической погрешности определения элементов 0.6 % для магния и 1.5 % для кремния подтверждают достоверность полученного соотношения интенсивностей чистых импульсов.

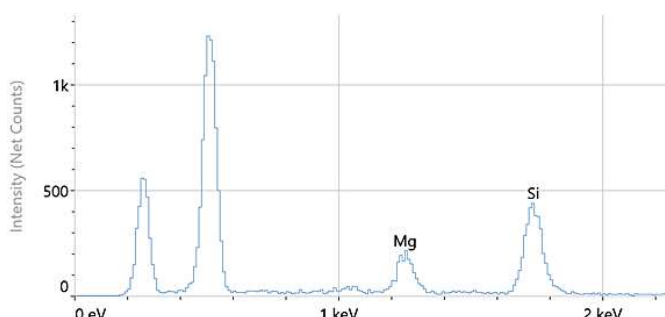


Рисунок 5 – Энергодисперсионный рентгеновский спектр (ЭДС) и количественные характеристики элементного состава образца полученного кремния после стадии химической очистки. Скорость счета: 106 имп/с, ускоряющее напряжение: 5 кВ. Общее время набора спектра: 187 секунд, Общее число импульсов: 19 791

Таблица 2 – Элементный состав и параметры набора спектра образца кремния по данным энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС)

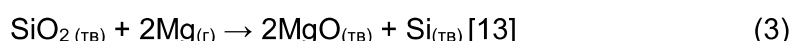
Элемент	Линия	Ат. %	Вес. %	Чистые импульсы	Погрешность ат. %	Погрешность вес. %
Mg	K	21.0	18.7	1 362	0.7	0.6
Si	K	79.0	81.3	3 748	1.4	1.5

Присутствие остаточного магния обусловлено инкапсуляцией наноразмерных доменов оксида магния (MgO) внутри плотной кремниевой оболочки, что предотвращает их прямой контакт с жидким травильным агентом.

Тем не менее, преобладание фазы кремния и полное отсутствие пиков сторонних примесей (в частности, ионов хлора) подтверждают эффективность разработанного протокола многостадийной промывки с использованием водно-этанольных смесей.

3.4 Обсуждение механизмов и оптимизация выхода продукта

Анализ экспериментальных данных позволяет выявить ряд закономерностей. Согласно источнику [13], при температурах выше 650 °С систему переводится в режим, где высокая экзотермичность реакции поддерживается непрерывным притоком паров магния, что снимает диффузионные ограничения, характерные для твердофазного взаимодействия. Базовое кинетическое уравнение процесса:



При температурах свыше 700 °С давление паров магния становится достаточным для обеспечения быстрого массопереноса к поверхности SiO_2 .

Зависимость давления насыщенного пара жидкого магния (P_{Mg} , в мм рт. ст. или Па) от абсолютной температуры (T , в Кельвинах) в интервале температур 923-1380 К описывается эмпирическим уравнением Клапейрона-Клаузиуса:

$$\log_{(10)} P_{\text{Mg}} [\text{мм рт. ст.}] = 8.489 - 6740 / T \text{ (4)}$$

В системе СИ (давление в Паскалях) уравнение имеет вид:

$$\log_{(10)} P_{\text{Mg}} [\text{Па}] = 10.614 - 6740 / T \text{ (5)}$$

Расчетные значения давления пара магния в исследуемом диапазоне:

при 650 °С (923 К) – точка плавления: $P_{\text{Mg}} \approx 404 \text{ Па} \approx 0.004 \text{ атм}$ (3 мм рт. ст.)

при 700 °С (973 К): $P_{\text{Mg}} \approx 4820 \text{ Па} \approx 0.048 \text{ атм}$ (36 мм рт. ст.)

при 800 °С (1073 К): $P_{\text{Mg}} \approx 21970 \text{ Па} \approx 0.217 \text{ атм}$ (165 мм рт. ст.)

При переходе от 650 °С к 700 °С парциальное давление паров магния возрастает более чем в 10 раз, а при 800 °С достигает более 20% от атмосферного давления. Это термодинамически подтверждает экспоненциальный рост плотности газового потока восстановителя к поверхности диоксида кремния при температурах выше 700 °С.

Однако чрезмерное повышение температуры (выше 900 °С) нежелательно из-за интенсификации побочных реакций образования силикатов магния, которые труднее поддаются выщелачиванию, чем оксид магния.[9]

Важным аспектом является контроль полноты удаления магния, который подтверждается отсутствием пиков металлического Mg на дифрактограмме конечного продукта, однако наблюдалось присутствие кубического MgO. Применение этанола (или водно-этанольных смесей) на финальной стадии промывки обусловлено его низким поверхностным натяжением и способностью эффективно проникать в микро- и нанопористую структуру материала для экстракции адсорбированных сольватированных хлорид-ионов, а также предотвращением гидролиза остаточных солей магния до труднорастворимых оксихлоридов

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе исследован процесс магниетермического восстановления наноразмерного SiO₂, выделенного из рисовой шелухи Кызылординской области, в качестве метода получения высокочистого пористого кремния. Установлено, что введение NaCl в качестве теплопоглотителя позволяет эффективно контролировать экзотермию реакции при 680 °С, предотвращая спекание частиц и сохраняя нанопористую морфологию продукта.

Рентгенофазовый анализ подтверждает образование поликристаллического кремния с характерными рефлексами плоскостей (111), (220) и (311) при сопутствующем выходе MgO в качестве основного побочного продукта. Данные СЭМ демонстрируют иерархическую пористую морфологию порошка Si с осколочной формой частиц, унаследованной от наноструктурного SiO₂-прекурсора.

Разработанный протокол гидрометаллургической очистки в системе HCl–H₂O–EtOH обеспечивает эффективное удаление MgO и Mg₂Si при минимальном содержании остаточных хлоридов. Полученные результаты создают научно-методическую основу для масштабирования процесса и применения кремния из возобновляемого агропромышленного сырья в производстве анодов для литий-ионных аккумуляторов и полупроводниковых материалов нового поколения.

Список литературы

1. Sustainable production of pure silica from rice husk waste in Kazakhstan / S. Azat et al // Journal of Cleaner Production. – 2019. – Vol. 217. – P. 352-359. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.142>.
2. Silica extraction from rice husk: Comprehensive review and applications / P.U. Nzereogu et al // Hybrid Advances. – 2023. – Vol. 4. – Art. 100111. <https://doi.org/10.1016/j.hybadv.2023.100111>.
3. Entwistle J. A review of magnesiothermic reduction of silica to porous silicon for lithium-ion battery applications and beyond / J. Entwistle, A. Rennie, S. Patwardhan // Journal of Materials Chemistry A. – 2018. – Vol. 6, № 38. – P. 18344-18356. <https://doi.org/10.1039/C8TA06370B>.
4. Sustainable biowaste-derived carbon aerogel/MXene composite for mercury removal from water / A. Nursharip et al // Materials Today Sustainability. – 2025. – Vol. 31. – Art. 101132. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2025.101132>.
5. Efficient fabrication of nanoporous Si and Si/Ge enabled by a heat scavenger in magnesiothermic reactions / W. Luo et al // Scientific Reports. – 2013. – Vol. 3. – Art. 2222. <https://doi.org/10.1038/srep02222>.

6. Thermochemistry and kinetics of silica dissolution in NaOH solutions: Effect of the alkali concentration / M. Fertani-Gmati et al // *Thermochimica Acta*. – 2014. – Vol. 594. – P. 58-67. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.09.003>.
7. Nadiradze A.B. Thermodynamic probability of realization of the process of silicon production from geothermal silica by reduction using magnesium / A.B. Nadiradze // *Bulletin of the Georgian National Academy of Sciences*. – 2010. – Vol. 4, № 3. <http://science.org.ge/old/moambe/3-2/Nadiradze.pdf>.
8. Scalable fabrication of silicon nanostructures for anodes of high-performance lithium-ion batteries / J.-K. Yoo et al // *Advanced Materials*. – 2012. – Vol. 24, № 40. – P. 5452-5456. <https://doi.org/10.1002/adma.201201601>.
9. Banerjee H.D. Investigations on the production of silicon from rice husks by the magnesium method / H.D. Banerjee, S. Sen, H.N. Acharya // *Materials Science and Engineering*. – 1982. – Vol. 52, № 2. – P. 173-179. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(82\)90046-X](https://doi.org/10.1016/0025-5416(82)90046-X).
10. Bekseitova K. Sintez SiO₂ iz risovoi shelukhi i ego primeneniye / K. Bekseitova, A.Zh. Baimenov, S. Azat // *Gorenie i plazmokhimiya*. – 2023. – T. 21, № 2. – S. 110-120. (In Russian).
11. The effect of heat treatments on the Si anode generated by magnesiothermic reduction of silica from rice husks / S.K. Lim et al // *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. – 2015. – Vol. 26. – P. 101-105. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.11.023>.
12. Entwistle J. A review of magnesiothermic reduction of silica to porous silicon for lithium-ion battery applications and beyond / J. Entwistle, A. Rennie, S. Patwardhan // *Journal of Materials Chemistry A*. – 2018. – Vol. 6, № 38. – P. 18344-18356. <https://doi.org/10.1039/C8TA06370B>.
13. Key developments in magnesiothermic reduction of silica: insights into reactivity and future prospects / Y. Maximilian et al // *Chem. Sci*. 10.1039/D4SC04065A <http://dx.doi.org/10.1039/D4SC04065A>.

Данное исследование финансировалось Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № BR24992873)

Д.Р. Мулдаш*, А.Р. Қажымұратов, К.Б. Шәкенов, Д.О. Мурзалинов, А. Азат

Satbayev University,

050013, Қазақстан Республикасы, Алматы қ., Сәтбаев к-сі, 22

*e-mail: muldashevdiash@gmail.com

КҮРІШ ҚАУЫЗЫНАН АЛЫНҒАН КРЕМНЕЗЁМДЫ МАГНИЕТЕРМИЯЛЫҚ ТОТЫҚСЫЗДАНДЫРУ АРҚЫЛЫ ЖОҒАРЫ ТАЗА КРЕМНИЙ АЛУ

Бұл ғылыми-зерттеу жұмысында жоғары тазалықтағы нанокеуекті кремнийді синтездеу мақсатында Қызылорда облысының күріш қауызынан бөлініп алынған аморфты кремний диоксидін магниетермиялық тотықсыздандыру (МТТ) процесі жан-жақты әрі егжей-тегжейлі зерттелді. Кремний диоксиді алдын ала химиялық өңдеу, яғни сілтілік шаймалау және одан кейінгі қышқылдық тұндыру әдістерімен алынды, бұл меншікті беті кеңінен дамыған жоғары сапалы прекурсорды алуға мүмкіндік берді. Тәжірибелік зерттеулер барысында аргонның инертті атмосферасында 650-700°C температуралық диапазонда процестің негізгі термодинамикалық заңдылықтары мен кинетикасы талданды. Реакцияның күшті экзотермиялық әсерін бақылау және құрылымның балқып, бірігуін болдырмау үшін жылу сіңіргіш агент ретіндегі натрий хлоридінің (NaCl) атқаратын маңызды рөліне ерекше назар аударылды. Магний оксиді (MgO) және қалдық SiO₂ сияқты жанама өнімдерді тиімді жою мақсатында HCl–H₂O–EtOH жүйесінде көп сатылы гидрометаллургиялық тазарту жұмыстары жүргізілді. Алынған үлгілердің фазалық құрамы мен морфологиялық ерекшеліктері рентгенфазалық талдау (РФТ) және сканерлеуші электрондық микроскопия (СЭМ) әдістерімен нақты сипатталды. Нәтижелер биогендік прекурсордың бастапқы құрылымынан толық мұраланған бірегей иерархиялық кеуекті морфологиясы бар поликристалды кремнийдің түзілуін толықтай растады. Ұсынылған әдістеме еліміздегі жаңартылатын агроөнеркәсіптік шикізатты пайдалана отырып, отандық жоғары технологиялық наноматериалдар өндірісін дамытудың жоғары тиімділігі мен стратегиялық экологиялық маңыздылығын айқын көрсетеді.

Түйін сөздер: магниетермиялық тотықсыздандыру, кремний диоксиді, күріш қауызы, нанокеуекті кремний, жылуабсорбент, NaCl, сілтілі экстракция.

D.R. Muldash*, A.R. Kazhmuratov, K.B. Shakenov, D.O. Murzalinov, S. Azat

Satbayev University,

050013, Republic of Kazakhstan, Almaty, Satpayev Street, 22

*e-mail: muldashevdiash@gmail.com

MAGNESIOTHERMIC REDUCTION OF RICE HUSK-DERIVED SILICA FOR HIGH-PURITY SILICON SYNTHESIS

This research paper presents a comprehensive study of the magnesiothermic reduction (MTR) process of amorphous silica derived from rice husks of the Kyzylorda region, aimed at synthesizing high-purity nanoporous silicon. Silica was extracted via alkaline leaching followed by precipitation, yielding a precursor with a highly developed specific surface area. During the experimental study conducted at temperatures of 650–700 °C in an inert argon atmosphere, the thermodynamic patterns of the process were analyzed. Special attention was paid to the role of sodium chloride (NaCl) as a heat-absorbing agent, which prevents structural sintering by controlling the exothermic reaction effect. For the efficient removal of by-products such as magnesium oxide (MgO) and residual SiO₂, a multi-stage hydrometallurgical purification in the HCl–H₂O–EtOH system was utilized. The phase composition and morphological features of the synthesized samples were characterized in detail using X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The results confirmed the formation of polycrystalline silicon with a unique hierarchical porous morphology, entirely inherited from the biogenic precursor structure. The proposed methodology demonstrates high efficiency and environmental significance in utilizing renewable agro-industrial waste for the production of advanced nanomaterials.

Key words: magnesiothermic reduction, silicon dioxide, rice husk, nanoporous silicon, heat scavenger, NaCl, leaching, XRD, SEM, high-purity silicon.

Авторлар туралы мәліметтер

Диас Рустемұлы Мулдаш* – Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының ғылыми қызметкері; e-mail: muldashevdiash@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2883-261X>.

Айдын Рустемович Қажмұратов – Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының ғылыми қызметкері; e-mail: kazak4458@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8091-2995>.

Калижан Бахытжанұлы Шакенов – PhD, Ассоциированный профессор, Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының аға ғылыми қызметкері; e-mail: k.shakenov@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9722-1605>.

Данатбек Онгарбекович Мурзалинов – PhD, Инженерлік бейінді зертханасының ғылыми қызметкері; e-mail: danatbekmurzalinov@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6519-1969>.

Сейтхан Азат – PhD, профессор, Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының жетекшісі; e-mail: seytghan.azat@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3858-9477>.

Сведения об авторах

Диас Рустемұлы Мулдаш* – Сәтбаев Университет, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: muldashevdiash@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2883-261X>.

Айдын Рустемович Қажмұратов – Сәтбаев Университет, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: kazak4458@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8091-2995>.

Калижан Бахытжанұлы Шакенов – PhD, ассоциированный профессор, Сәтбаев Университет, старший научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: k.shakenov@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9722-1605>.

Данатбек Онгарбекович Мурзалинов – PhD, Сәтбаев Университет, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: danatbekmurzalinov@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6519-1969>.

Сейтхан Азат – PhD, профессор, Сәтбаев Университет, руководитель лаборатории инженерного профиля; e-mail: seytghan.azat@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3858-9477>.

Information about the authors

Dias Rustemuly Muldash* – Satbayev University, Researcher, Engineering Profile Laboratory; e-mail: muldashevdiash@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2883-261X>.

Aydyn Rustemovich Kazhmuratov – Satbayev University, Researcher, Engineering Profile Laboratory; e-mail: kazak4458@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8091-2995>.

Kalizhan Bakhytzhanuly Shakenov – PhD, Associate Professor, Satbayev University, Senior Researcher at the Engineering Profile Laboratory; e-mail: k.shakenov@satbayev.university. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9722-1605>.

Danatbek Ongarbekovich Murzalinov – PhD, Satbayev University, Researcher at the Engineering Profile Laboratory; e-mail: danatbekmurzalinov@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6519-1969>.

Seytkhan Azat – Satbayev University, Head of the Engineering Laboratory; e-mail: seytghan.azat@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3858-9477>.